

⑤

Int. Cl. 2:

C 01 B 15/10

⑯ **BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**

DEUTSCHES PATENTAMT



DE 26 44 147 A 1

⑪

Offenlegungsschrift 26 44 147

⑫

Aktenzeichen:

P 26 44 147.4-41

⑬

Anmeldetag:

30. 9. 76

⑭

Offenlegungstag:

6. 4. 78

⑳

Unionspriorität:

③② ③③ ③① —

⑤④

Bezeichnung:

Verfahren zur Herstellung eines kompakten, grobkörnigen Natriumpercarbonats

⑦①

Anmelder:

Deutsche Gold- und Silber-Scheideanstalt vormals Roessler, 6000 Frankfurt

⑦②

Erfinder:

Knippschild, Gerd, Dr.; Schuster, Hubert; Klebe, Hans, Dr.; 7888 Rheinfelden

Prüfungsantrag gem. § 28 b PatG ist gestellt

DE 26 44 147 A 1

1. Verfahren zur Herstellung eines kompakten, abriebfesten Natriumpercarbonates durch Umsetzen von Natriumcarbonat mit Wasserstoffperoxid, ausgehend von einem natriumcarbonathaltigen und an Natriumpercarbonat gesättigten Lösung in Gegenwart von Kochsalz, bekannten Aktivsauerstoffstabilisatoren und Natriumhexametaphosphat bei 10 bis 20° C, dadurch gekennzeichnet,

daß in einer Lösung, die pro Liter 100 bis 200 g Kochsalz enthält, calcinierte Soda in einer solchen Menge gelöst wird, daß sich Natriumcarbonat-Dekahydrat als Bodenkörper bildet, und vor oder nach dem Zufügen der calcinierten Soda so viel Natriumhexametaphosphat pro Liter Lösung gelöst werden, daß die Gesamtmenge an Natriumhexametaphosphat 0,1 bis 1,9 g pro Liter Lösung beträgt, worauf die so hergestellte Ausgangslösung dekantiert und/oder filtriert und die vom Bodenkörper freie Lösung mit einer Menge Wasserstoffperoxid versetzt wird, die dem in der Ausgangslösung gelösten Natriumcarbonat etwa äquivalent ist unter Einhaltung etwa ein und derselben Temperatur und zwar während des gesamten Fällungsverfahrens, worauf während und nach Beendigung der Wasserstoffperoxidzugabe bis zu 60 Minuten nach dieser Zugabe die entstandene Übersättigung an gelösten Natriumpercarbonat durch Ausfällung des Natriumpercarbonats abgebaut, das erhaltene Salz nach bekannten Verfahren abgetrennt und getrocknet und die anfallende Mutterlauge gegebenenfalls wieder in die Arbeitsstufe für die Sodaeinsatzlösung zurückgeführt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß Natriumhexametaphosphat in einer Menge von 0,5 bis 1,5 g pro Liter Lösung eingesetzt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die gewählte Fällungstemperatur um $\pm 1^\circ$ C über- oder unterschritten wird während des Verfahrens.

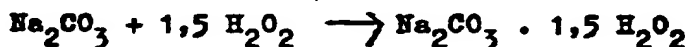
Ffm., den 27.9.1976
 FB Pat Dr. Schae-P

809814/0144

BAD ORIGINAL

Verfahren zur Herstellung in kompakten,
grobkörnigen Natriumpercarbonats

Es ist bekannt, Natriumpercarbonat durch Umsetzung einer Sodalösung bzw. -suspension mit wässrigen Wasserstoffperoxidlösungen nach der Formel



herzustellen, und dabei die Löslichkeit des gebildeten Percarbonats durch Zusatz inerter Salze - wie Kochsalz - herabzumindern. (Schweizer Patentschrift 90295)

In der BR-PS 568 754 wird die kontinuierliche Herstellung von Natriumpercarbonat aus Wasserstoffperoxid und Natriumcarbonat beschrieben, in der die notwendigen Wasserstoffperoxid- und Natriumcarbonatmengen nur in kleinen Anteilen zur Reaktionslösung gegeben werden.

Gleichzeitig wird auf die Verwendung von Aktivsauerstoff-Stabilisatoren, wie z.B. Magnesiumverbindungen, und auf den günstigen Einfluss von Hexametaphosphat auf die körnige Struktur des Percarbonates hingewiesen.

Der Nachteil des Verfahrens besteht darin, dass - wie gesagt - die Soda- und Wasserstoffperoxidzugabe nur in kleinen Anteilen erfolgt, wobei zwischen den Zugaben Reaktionszeiten eingeschaltet sind. Während der Zuspelung steigt die Temperatur von 15° auf 22° C und wird bis zum Ende der Umsetzung auf dieser Temperatur gehalten. Diese Verfahrensweise führt zu einem feinen, sprössigen Percarbonat.

Ferner soll nach der DT-OS 2 328 803 ein abriebfestes, grobes Percarbonat durch Umsetzen einer Sodalösung oder -suspension, die 2 - 8 g Natriumhexametaphosphat p.Liter Lösung enthält, mit einer Wasserstoffperoxidlösung mit einem Gehalt von 3 - 10 g Magnesiumionen p.Liter Lösung zu gewinnen sein, ggfs. in Gegenwart von Kochsalz.

- 2 -

809814/0144

ORIGINAL INSPECTED

BAD ORIGINAL

2644147

Dabei wird gr össer Wert auf das genaue Einhalten d r Mengenangaben für Natriumhexametaphosphat und Magnesium gelegt.

Andernfalls würden fein bzw. nicht widerstandsfähige Partikel anfallen.

Der Nachteil des nur diskontinuierlich arbeitenden Verfahrens besteht darin, dass bei Wiederverwendung der Mutterlauge bei der hohen Soda-Lösetemperatur von 24°C die Wasserstoffperoxidausbeute stark vermindert wird durch Aktivsauerstoffzersetzung, die bei Verwendung technisch reiner Soda durch die sich anreichernden Verunreinigungen in der Mutterlauge noch verstärkt wird.

Durch diese Aktivsauerstoffzersetzung, die sich während der Wasserstoffperoxidzuspeisung fortsetzt, können die Natriumpercarbonat-Kristallisationsbedingungen nicht konstant gehalten werden:

Das Verhältnis Soda / Natriumpercarbonat verschiebt sich zu Gunsten der Soda, die wiederum als leichter lösliche Komponente einen zusätzlichen Druck auf das noch in Lösung befindliche Natriumpercarbonat ausübt. Die Folge ist eine zu schnelle Kristallisation, es wird ein feinkörniges Produkt erhalten.

Ziel der Erfindung ist dagegen die Herstellung eines kompakten, groben Natriumpercarbonates bei geringem Aktivsauerstoffverlust unter weitestgehender Konstanz der Kristallisationsbedingungen bei Wiederverwendung der Mutterlauge.

Es wurde nun gefunden, daß sich dieses Ziel bei der Umsetzung von Natriumpercarbonat mit Wasserstoffperoxid ausgehend von einer natriumpercarbonathaltigen und an Natriumpercarbonat gesättigten Lösung in Gegenwart von Kochsalz, bekannten Aktivsauerstoffstabilisatoren und Natriumhexametaphosphat bei 10 bis 20°C erreichen lässt, wenn in einer solchen Lösung, die pro Liter 100 bis 200 g Kochsalz enthält, calcinierte Soda in einer solchen Menge gelöst wird, dass sich Natriumpercarbonat-Dekahydrat als Bodenkörper bildet und vor oder nach dem Zufügen der calcinierten Soda so viel Natriumhexametaphosphat pro Liter Lösung gelöst werden, dass die Gesamtmenge an Natriumhexametaphosphat 0,1 bis 1,9 g pro Liter Lösung beträgt, worauf die so hergestellte Ausgangslösung dekantiert und/oder filtriert und die vom Bodenkörper freie Lösung mit einer Menge Wasserstoffperoxid versetzt wird, die dem in der Ausgangslösung gelösten Natriumpercarbonat

809814/0144

- 3 -

ORIGINAL INSPECTED

2644147

zwei Äquivalent ist unter Einhaltung zweier - - - - -
 ein und derselben Temperatur und zwar während des gesamten Fällungs-
 verfahrens, worauf während und nach Beendigung der Wasserstoffperoxid-
 zugebe bis zu 60 Minuten nach dieser Zugabe die entstandene Übersättigung
 an gelöstem Natriumpercarbonat durch Ausfällung des Natriumpercarbonats
 abgebaut, das erhaltene Salz nach bekannten Verfahren abgetrennt und
 getrocknet und die anfallende Mutterlauge gegebenenfalls wieder in die
 Arbeitsstufe für die Sodaeinsatzlösung zurückgeführt wird.

Unter der zum Einsatz kommenden "calcinierten Soda" wird sowohl Soda p.a.
 als auch technische Soda verstanden.

Durch die Bildung des Natriumcarbonat-Dekahydrates in der Sodaeinsatzlösung
 wird diese Lösung gleichzeitig konzentriert.

Um den Aktivsauerstoffverlust so gering wie möglich zu halten, wird das
 Verfahren nicht bei Temperaturen oberhalb von 20°C ausgeführt. Vorzugs-
 weise liegt die Temperatur bei 14 bis 16°C .

Es wurde gefunden, daß die Größe der Übersättigung des gebildeten Per-
 carbonates abhängig ist von der Menge an anwesenden Natriumhexametaphosphat
 und diese Menge wiederum - wenn eine noch abbaufähige Übersättigung
 aufgebaut und ein kompaktes Korn erhalten werden soll - von der Fällungs-
 temperatur.

Bestimmte Fällungstemperaturen erfordern beim Einsatz der erfindungsgemässen,
 an Natriumcarbonat gesättigten Lösung bestimmte Mengen an Natriumhexameta-
 phosphat, und zwar unterhalb von 20°C die in der Erfindungsbeschreibung
 angegebenen Mengen. Oberhalb 20°C beginnt der Aktivsauerstoffverlust
 zu stark zu werden. Mit grösseren Mengen an Natriumhexametaphosphat,
 die für Temperaturen oberhalb 20°C gültig sein können, kann bei 20°C
 und darunter nicht gearbeitet werden.

Denn durch die zu grosse Menge an Natriumhexametaphosphat
 würde eine zu stabile Übersättigung des zu bildenden Natriumpercarbonates
 aufgebaut, die sich entweder gar nicht oder - bei Anwesenheit eines
 Bodenkörpers von Natriumcarbonat - Dekahydrat - verstärkt durch den Lösungs-
 druck der sich nachlösenden Soda
 spontan in Form kleiner Keime abbauen würde. Auf diese Weise wäre ein

809814/0144

- 4 -

kompaktes Percarbonat b i geringsten Aktivsauerstoffverlusten nicht zu erhalten.

Zur Vermeidung von Aktivsauerstoffverlusten wird das gesamte Fällungsverfahren unter 20°C bei etwa ein und derselben Temperatur, d.h. bei $\pm 1^{\circ}\text{C}$ in Bezug auf die gewählte Temperatur, durchgeführt.

Bevorzugte Mengen an Natriumhexametaphosphat sind 0,5 - 1,5 g pr Liter Soda-Einsatzlösung.

Die zuzusetzenden Mengen an Wasserstoffperoxid sollen - wie gesagt - der vorliegenden Menge an Natriumcarbonat etwa äquivalent sein, siehe Formel auf Seite 1. Dabei wird unter "etwa äquivalent" ein Verhältnis von Aktivsauerstoff zu Natrium von 0,6 bis 0,9 : 1 verstanden.

Als Wasserstoffperoxidlösungen sind besonders 70 G-%ige wässrige Lösungen geeignet; jedoch können auch höherprozentige handelsübliche wässrige Wasserstoffperoxidlösungen verwendet werden. Auch geringer konzentrierte Lösungen als 70 G-%ige sind einsetzfähig; allerdings wird mit sinkender Konzentration an Wasserstoffperoxid mehr Wasser in das System eingeschleust, wodurch einerseits der Kristallisationsdruck für Percarbonat sinkt und andererseits der Überschuss an Mutterlauge steigt.

Bei dem Verfahren werden die üblichen Aktivsauerstoffstabilisatoren eingesetzt wie Magnesiumsalze, Alkalisalze, vorzugsweise Magnesiumsulfat und Wasserglas.

Die Stabilisatoren können der Sodaeinsatzlösung, bevorzugt aber der wässrigen Wasserstoffperoxidlösung zugegeben werden. Sie dienen ausschliesslich der Stabilisierung des Fertigproduktes und der Reinigung der Sodaeinsatzlösung, die gesättigt an basischem Magnesiumcarbonat und Magnesiumsilikat ist.

Zu Beginn des erfindungsgemässen Verfahrens wird die Mutterlauge, bestehend aus - bezogen auf ein Liter Lösung - 40 - 100 g Natriumpercarbonat, 0,1 bis 1,9 g Natriumhexametaphosphat, 100 bis 200 g Kochsalz und gesättigt an basischem Magnesiumcarbonat und Magnesiumsilikat synthetisch als wässrige Lösung hergestellt. Diese synthetische Mutterlauge dient zur Herstellung der filtrierten, an Natriumcarbonat gesättigten Einsatzlösung. Diese Einsatzlösung lässt sich auch mit der nach Abtrennen des gebildeten Natriumpercarbonats anfallenden Mutterlauge, die ebenfalls 40 - 100 g Natriumpercarbonat pro Liter enthält, herstellen. Allerdings muss diese Mutterlauge noch auf die in der Erfindungsbeschreibung angegebenen Konzentrationen von Natriumhexametaphosphat und ggf. Kochsalz gebracht werden.

Günstig ist es, bei Verwendung von Wasserglas und Wiederverwendung der an Natriumpercarbonat gesättigten Mutterlauge, die noch einen Teil der Stabilisatoren der vorhergehenden Charge enthält, die notwendige Menge Wasserglas vor Einsetzen der calcinierten Soda aufzufüllen, da dann die Verunreinigungen der Mutterlauge durch Ausfällung von Magnesiumsilikat adsorbiert werden. Während der calcinierten Sodazugabe fällt basisches Magnesiumcarbonat aus, das zusammen mit Magnesiumsilikat die Verunreinigungen aus der technischen Soda adsorbiert. Dadurch vermindert sich ebenfalls der Aktivsauerstoffverlust.

Gleichzeitig reduziert sich die Magnesiumkonzentration; die soda-haltige Einsatzlösung ist an Magnesiumsilikat und basischem Magnesiumcarbonat gesättigt. Die Magnesiumkonzentration schwankt daher in dieser Lösung nur geringfügig.

Der Auf- und Abbau der Übersättigung findet unter Rühren statt. Es ist bekannt, dass die Keimbildungsgeschwindigkeit von der Rührgeschwindigkeit abhängig ist. Bei schneller Rührung tritt ein zu schneller Abbau der Übersättigung ein, und es fällt ein zu feines Produkt aus. Bei zu langsamer Rührung dagegen ist der Abbau unvollständig; wird nun die Mutterlauge aus einer solchen Charge bei der Bereitung der Sodaeinsatzlösung verwendet, so kristallisiert schon während der Herstellung dieser Einsatzlösung Natriumpercarbonat aus, da die leichter lösliche Soda das schwerer lösliche Natriumpercarbonat aus der Lösung herausdrückt. Dieses Natriumpercarbonat fällt dann zusammen mit den Verunreinigungen und den Magnesiumverbindungen aus und geht damit verloren.

Um die optimale Rührgeschwindigkeit festzustellen, wird unmittelbar nach Zugabe des Wasserstoffperoxids die eingetretene Übersättigung an Natriumpercarbonat ermittelt und deren Abbau bestimmt.

Die zu wählende Rührgeschwindigkeit wird letztlich durch die erhaltene Salzqualität, d.h., das grobe kompakte Korn, festgelegt. Ist der Abbau der Übersättigung zu rasch gewesen, so muss die Rührgeschwindigkeit gesenkt werden und umgekehrt, bis sich die gewünschte Abbaugeschwindigkeit eingestellt hat.

Das gleiche gilt für die Dosiergeschwindigkeit der Wasserstoffperoxidlösung in die Sodalösung. Diese Dosiergeschwindigkeit lässt sich für den Betrieb im Laboratoriumsversuch feststellen. Optimal sind Dosiergeschwindigkeiten von 10 - 20 Minuten für die zur Reaktion erforderlichen Mengen.

Das ausgefallene Natriumpercarbonat wird in bekannter Weise abfiltriert und getrocknet. Das Verfahren lässt sich ohne weiteres in üblichen Anlagen für die Herstellung von Natriumperborat durchführen.

Der technische Fortschritt des Verfahrens liegt in der Wiederverwendung der Mutterlauge bei weitgehender Konstanz der Kristallisationsparameter wie Zusammensetzung der Sodaeinsatzlösung, das Fehlen von Impfkernen jeglicher Art, ein etwa gleichbleibender Verunreinigungsgrad und der Temperatur. Dadurch wird nach jeder Umsetzung ein qualitativ einheitliches, d.h., grobes, kompaktes Produkt, erhalten.

Die Erfindung wird durch die folgenden Beispiele erläutert:

Es bedeuten dabei:

NaPc = Natriumpercarbonat
 Hexa = Natriumhexametaphosphat
 ML = Mutterlauge
 Os = Aktivsauerstoff
 g-At/l = Gramm/1

Beispiele1. Herstellung der sodahaltigen Einsatzlösung

In 1 Ltr. NaPc-Ablauge von 15°C, die 200 g NaCl, 72,2 g Na_2CO_3 , 1,5 H_2O_2 , 4,5 g MgSO_4 , 7 H_2O und 0,15 g Natriumhexametaphosphat enthält, werden zunächst 1,35 g Hexa gelöst. Unter Temperaturkonstanz und Rührung werden innerhalb von 15 Minuten über eine AEG-Rinne 150 g techn. Soda (88 %ig) in obige Ablauge dosiert. Durch Filtration werden die unlöslichen Bestandteile entfernt und eine klare sodahaltige Einsatzlösung mit folgenden Analysendaten erhalten:

Oa (Aktivsauerstoff) = 0,69 g-At/l

Na(Gesamtnatrium) = 2,80 g-At/l

$\frac{\text{Oa}}{\text{Na}}$ - Verh. = 0,24

2. Umsetzung der filtrierten sodahaltigen Einsatzlösung mit ca. 70 %igem H_2O_2

1 Ltr. der nach Beispiel 1 hergestellten Einsatzlösung wird in einem Glasgefäß (\varnothing = 13,5 cm, H = 21 cm) unter Rührung (Rührpropellerdurchmesser: 5 cm, Rührgeschwindigkeit = 500 Upm) vorgelegt und durch Schlangenkühlung 15°C eingestellt.

Innerhalb von 15 Minuten werden unter Temperaturkonstanz (15°C) 74,6 ml H_2O_2 -Lösung (24,5 Mol/l), die 57,6 g MgSO_4 , 7 H_2O und 72,7 g NaCl pro Liter enthält, zudosiert.

Nach Zugabe der H_2O_2 -Lösung befanden sich 142 g Na-Per-carbonat/l in Lösung, die innerhalb von 50 Minuten bis auf 87 g/l abgebaut wurden.

	Nachreak- tionszeit min.	Laugenanalyse			
		Na gAt/l	Oa gAt/l	Verh. $\frac{Oa}{Na}$	NaPc gelöst g/l
nach H_2O_2 -Zugabe	0	1,81	1,85	1,02	142,0
	10	1,70	1,77	1,04	133,5
	20	1,63	1,53	1,06	120,0
	30	1,27	1,40	1,10	99,6
	40	1,21	1,00	1,21	95,0
	50	0,88	1,11	1,26	87,1

Der Salzbrei wird über eine Nutsche filtriert und luftgetrocknet.

Erhalten wurde ein grobes kompaktes Na-Percarbonat mit folgenden Analysenwerten:

Aktivsauerstoff	:	14,26	%	
Schüttgewicht	:	825	g/l	
Siebanalyse auf 0,8 mm	:	9	%	
" 0,5 "	:	36	%	
" 0,4 "	:	11	%	siehe Abb. 1 (Schrägl- lichtvergrößerung 1 : 25)
" 0,2 "	:	43	%	
" 0,1 "	:	1	%	
Rest	:	0	%	

2.1. Betriebsversuch

M

2644147

1 m³ der nach Beispiel 1 hergestellten Einsatzlösung wird in einem V4A-Behälter ($\varnothing = 1530$ mm, H = 1420 mm) unter Rührung (Rührpropellerdurchmesser = 500 mm, Rührgeschwindigkeit = 220 Upm) vorgelegt und durch Schlangenkühlung 15°C eingestellt.

Innerhalb von 14 Minuten werden unter Temperaturkonstanz (15°C) 75 l H₂O₂-Lösung (24,5 Mol/l), die 57,6 g MgSO₄ · 7H₂O und 72,7 g NaCl pro Liter enthält, über Rotameter zudosiert.

Nach Zugabe der H₂O₂-Lösung befanden sich 126,4 g NaPc/l in Lösung, die innerhalb von 30 Minuten bis auf 78,5 g/l abgebaut wurden.

	Nachreak- tionszeit min	Laugenanalyse			
		Na g-At/l	Oa g-At/l	Verh. $\frac{Oa}{Na}$	NaPc gelöst g/l
nach H ₂ O ₂ -Zugabe	0	1,61	1,41	0,88	126,4
	10	1,41	1,17	0,83	110,7
	20	1,15	0,96	0,83	90,2
	30	1,00	0,84	0,84	78,5

Der Salzbrei wurde über eine Zentrifuge von der Mutterlauge getrennt, das Salz in einem Fließbett-Trockner getrocknet.

Aktivsauerstoff : 14,02 %
Schüttgewicht : 1007 g/l

Siebanalyse
auf 0,8 mm : 0 %
" 0,5 " : 30 %
" 0,4 " : 18 %
" 0,2 " : 35 %
" 0,1 " : 16 %
Rest : 1 %

809814/0144

3. Abhängigkeit der Übersättigung von der Natriumhexametaphosphatkonzentration

Nach Beispiel 2 wurde eine Sodalösung umgesetzt, in der verschiedene Mengen Hexametaphosphat gelöst waren. Es

wurde gefunden, daß mit steigender Hexakonzentration nach Zugabe der H_2O_2 -Lösung auch die Übersättigung zunimmt. In dem untersuchten Bereich zwischen 1 g und 1,75 g Na-Hexametaphosphat besteht eine nahezu lineare Proportionalität.

sodahaltige Einsatzlösung			NaPc-Gehalt (gelöst)		
Hexa	Na	Oa	nach H_2O_2 -Zugabe	Nachreaktionszeit nach	
g/l	g-At/l	g-At/l	g/l	20 min g/l	50 min g/l
1,00	2,79	0,63	100	65,9	-
1,25	2,90	0,67	123	-	56,5
1,50	2,80	0,69	142	120,0	87,1
1,75	2,86	0,69	157	130,3	-

4. Wiederverwendung der NaPc-Mutterlauge

4.1. Herstellung der sodahaltigen Einsatzlösung

In 1,5 l NaPc-Ablauge von 15°C, die 300 g NaCl, 78 g techn. Soda (88 %ig), 33,0 g H₂O₂ (100 %ig) und 6,75 g MgSO₄ · 7H₂O enthält, werden 1,8 g Natriumhexanetaphosphat gelöst. Nach Zugabe von 3 ml Wasserglas (1,5 ml Wasserglas 38° Bé und 1,5 ml Wasser) werden innerhalb von 25 Minuten über eine AEG-Rinne 225 g techn. Soda (88 %ig) zudosiert. Ungefähr 1000 ml sodahaltige Einsatzlösung werden nach einer Sedimentationszeit von 10 Minuten dekantiert, mit 3 g Filterhilfe versetzt und filtriert.

Analyse der Einsatzlösung:

Oa = 0,54 g-At/l

Na = 2,88 g-At/l

$\frac{Oa}{Na} = 0,19$

Analyse des Filterrückstandes:

Gesamtmenge: 22 g

davon sind : 5,8 g Soda

1,3 g NaPc

4.2. Umsetzung der filtrierten sodahaltigen Einsatz-
lösung mit ca. 70 %igem H_2O_2 :

1 Ltr. der Einsatzlösung (nach 4,1) wird in einem Glasgefäß, wie in Beispiel 2 beschrieben, unter Rührung (Rührpropellerdurchmesser: 5 cm, Rührgeschwindigkeit = 500 Upm) vorgelegt und durch Schlangenkühlung $15^\circ C$ eingestellt. Innerhalb von 13 Minuten werden unter Temperaturkonstanz 66,1 ml H_2O_2 (24,5 Mol/l), die 57,6 g $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ und 72,7 g NaCl pro Liter enthalten, zudosiert:

Laugenanalyse	Na g-At/l	Oa g-At/l	Oa Na Verh.
nach H_2O_2 -Zugabe	1,66	1,27	0,76
nach 45' Nachreaktions- zeit	0,93	0,68	0,73

Das Salz wurde über eine Nutsche abgetrennt und luftgetrocknet.

15

2644147

Salzanalyse:

Salzmeng	:	145 g	
Oa	:	14,16%	
Schüttgewicht	:	810	g/l
Siebanalyse			
auf 0,8 mm	:	1	%
" 0,5 "	:	50	%
" 0,4 "	:	13	%
" 0,2 "	:	36	%
" 0,1 "	:	0	%
Rest	:	0	%

4.3. Rückführung der Mutterlauge und Herstellung der sodahaltigen Einsatzlösung:

In 1 Ltr. Ablauge von Versuch 4.2 werden 1,2 g Hexa gelöst und mit der nicht umgesetzten sodahaltigen Einsatzlösung und dem sedimentierten Feststoffanteil aus Versuch 4.1 vermischt.

Nach Zugabe von 2 ml Wasserglas (1 ml Wasserglas 38° B + 1 ml Wasser) werden innerhalb von 18 Minuten 150 g techn. Soda (88 %ig) bei 15°C zudosiert.

Ungefähr 1000 ml sodahaltige Einsatzlösung werden nach einer Sedimentationszeit von 10 Minuten dekantiert, mit 2 g Filterhilfsmittel versetzt und filtriert.

Analyse der Einsatzlösung:

Oa	=	0,52 g - At/l
Na	=	2,92 g - At/l
<u>Oa</u>	=	0,17
Na		

Analyse des Filtrerrückstandes:

Gesamtmenge	:	26 g
davon sind	:	7,7 g Soda
		1,8 g NaPc

809814/0144

16

2644147

4.4. Umsetzung der filtrierten sodahaltigen
Einsatzlösung mit H_2O_2

1 Ltr. der zuvor hergestellten Einsatzlösung wird,
wie bereits beschrieben, vorgelegt.

Innerhalb von 12 Minuten werden 70,6 ml H_2O_2 (24,5 Mol/l),
die 57,6 g $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ und 72,7 g NaCl pro Liter ent-
halten, zudosiert.

Laugenanalyse	Na. g-At/l	Oa g-At/l	$\frac{Oa}{Na}$ - Verh.
nach H_2O_2 -Zugabe	1,56	1,20	0,77
nach 45' Nachreak- tionszeit	0,94	0,72	0,76

Das Salz wurde über eine Nutsche abgetrennt und luftge-
trocknet.

Salzanalyse:

Salzmenge : 150 g
Oa : 14,24 %
Schüttgew. : 845 g/l

Siebanalyse:

auf 0,8 mm : 0 %
" 0,5 " : 25 %
" 0,4 " : 23 %
" 0,2 " : 51 %
" 0,1 " : 1 %
Rest : 0 %

809814/0144

Nummer:
Int. Cl.2:
Anmeldetag:
Offenlegungstag:

25 44 147
C 01 B 15/10
30. September 1976
6. April 1978

- 17 -

2644147

A b b i l d u n g 1 / 6173 PV

Fraktion 0,4 - 0,5 mm

Schräglicht

Vergrößerung 1 : 25



809814/0144